

Д.М. Заячук¹, С.І. Круковський², Ю.С. Михащук^{1,2}¹Національний університет “Львівська політехніка”,
кафедра напівпровідникової електроніки,²Науково-виробниче підприємство “Карат”

ФОРМУВАННЯ БУФЕРНИХ ШАРІВ GaAs ДЛЯ НАРОЩУВАННЯ КВАНТОВИХ ТОЧОК МЕТОДОМ НИЗЬКОТЕМПЕРАТУРНОЇ РІДИННО-ФАЗНОЇ ЕПІТАКСІЇ

© Заячук Д.М., Круковський С.І., Михащук Ю.С., 2009

D.M. Zayachuk, S.I. Krukovsky, Yu.S. Mykhashchuk

FORMATION OF GaAs BUFFER LAYERS FOR GROWING OF QUANTUM DOTS BY LOW TEMPERATURE LIQUID PHASE EPITAXY METHOD

© Zayachuk D.M., Krukovsky S.I., Mykhashchuk Yu.S., 2009

Розроблено і реалізовано технологічні режими нарощування буферних шарів GaAs з перенасичених галієвих розчинів-розплавів, які забезпечують формування робочої поверхні вищої якості стосовно якості поверхні вихідної підкладки. Досліджено поведінку буферних шарів GaAs у контакті з насиченими розчинами-розплавами In-InAs за температури 450 °C. Показано, що за тривалості такого контакту щонайменше дві хвилини перехідні шари з вмістом індію на поверхні підкладки GaAs не утворюються.

Technological conditions for growing of GaAs buffer layers from oversaturated melt-solution are elaborated and realized. The conditions enable to form resulting surface that has higher quality than quality of initial substrate surface. A behavior of GaAs buffer layers being in contact with saturated melt-solution In-InAs at temperature 450 °C is investigated. It is shown that there are no transition layers containing Indium on the surface of GaAs substrate if duration of contact is no more than two minutes.

Вступ

На сучасному етапі розвитку оптоелектронних приладів актуальним є створення структур, які містять в активній області квантово-розмірні об'єкти типу квантових ям (КЯ) чи квантових точок (КТ) [1, 2]. КТ переважно вирощують із парової фази методом молекулярно-променевої або МОС гідридної епітаксії [3–6]. Їх також можна наростити з рідкої фази, використавши, наприклад, запропонований І.Є. Марончуком [7, 8] метод модифікованої рідинно-фазної епітаксії (РФЕ). Суть модифікації полягає в тому, що у кварцовому реакторі в атмосфері водню у графітовій слайдерній касеті створюють короткочасне імпульсне перенасичення розчину-розплаву. Якщо епітаксійний ріст на поверхні підкладки відбувається за механізмом Саранського – Крастанова, це веде до формування на підкладці масиву КТ. Основним елементом цього підходу є якраз короткочасність перенасичення розчину-розплаву, якого досягали завдяки приведенню в контакт неробочої поверхні підкладки з об'єктом, що мав температуру, на декілька градусів нижчу за температуру підкладки.

Відомо, що на характер росту квантово-розмірних об'єктів за механізмом Саранського – Крастанова істотно впливає морфологія поверхні, на якій формуються такі об'єкти [9]. На їх ріст також впливатиме склад поверхні, оскільки він визначає величину сталої ґратки поверхневого

шару. Співвідношення ж між періодами ґратки матеріалу, що епітаксійно нарощується, і матеріалу, на якому відбувається нарощування, є надзвичайно важливим для формування масивів КТ.

У технології РФЕ початковим етапом формування будь-якої епітаксійної структури є нарощування буферного шару [7, 10]. Для задачі, що розв'язується, важливим є формування буферного шару *GaAs*. Для того, щоб на буферному шарі *GaAs* сформувати масив КТ з *InAs*, підкладку *GaAs* зі сформованим буферним шаром необхідно в зручний спосіб привести у фізичний контакт з індієвим розчином *InAs*, насиченим миш'яком за температури підкладки. Процес забезпечення контакту вимагає розроблення відповідної конструкції касети для проведення таких технологічних процедур. Для прогнозованого і контрольованого росту масивів КТ потрібно мати об'єктивну інформацію про стан буферного шару, який формується, а також про наявність чи відсутність перехідних шарів на поверхні буферного шару на етапі до імпульсного охолодження підкладки. Вивчення цих питань якраз і становило зміст цього дослідження.

Елементи технології

Конструкцію розробленої поршневої касети для вирощування епітаксійних структур квантово-розмірного масштабу методом РФЕ з імпульсним охолодженням насиченого розчину-розплаву показано на рис. 1.

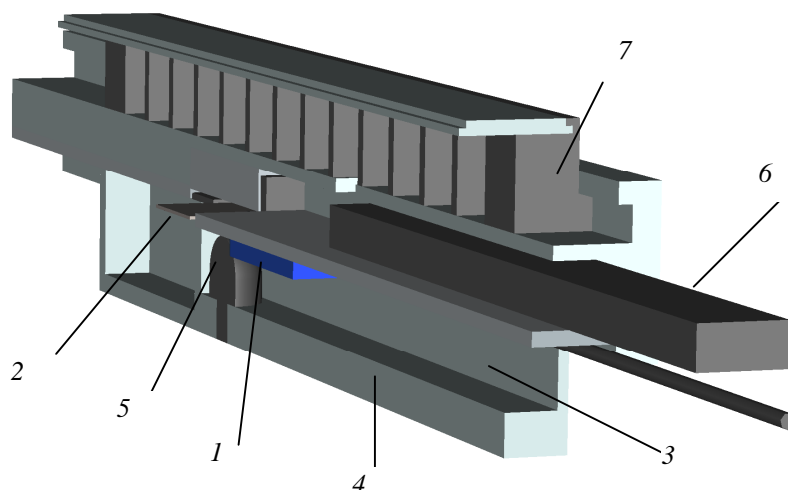


Рис. 1. Поршнева касета вдосконаленої конструкції для створення епітаксійних структур з квантово-розмірними об'єктами в активних шарах:
1 – теплопоглинач; 2 – підкладка; 3 – отвір в контейнері; 4 – зливний контейнер;
5 – притискний гвинт; 6 – поршень; 7 – контейнер з розплавами

Удосконалення касети полягало в тому, щоб в її конструкції передбачити доступ теплопоглинача (1) до неробочої поверхні підкладки (2) через отвір (3) у зливному контейнері (4) і забезпечити щільний контакт підкладки з теплопоглиначем за допомогою притискного гвинта (5). Для забезпечення подачі ростових розплавів та контакту теплопоглинача зі зворотною стороною підкладки тримач підкладки виконано так, що підкладка розміщувалася у нижній його частині у спеціальному пазу. Підкладка в робочому положенні фіксувалася зливним контейнером, який містить дві порожнини, одна з яких закрита і використовується для зливу розплавів, а інша відкрита з одного боку для забезпечення доступу теплопоглинача до підкладки. У днищі зливного контейнера розміщений притискний гвинт, шапка якого виконана у формі півсфери для забезпечення мінімальної теплопередачі від корпусу касети до теплопоглинача, а його положення стосовно підкладки, що визначає щільність контакту, можна регулювати за допомогою різьбового з'єднання.

Буферні шари $GaAs$ формували двома стандартними режимами. Перший полягав у тому, що вихідний розплав, який приводиться у фізичний контакт із поверхнею підкладки, формувався самим розчинником – галієм. Насичення розплаву миш'яком відбувалося внаслідок розчинення у ньому поверхневих шарів підкладки. Під час охолодження насиченого в такий спосіб розчину-розплаву він стає перенасиченим і з нього на поверхні підтравленої підкладки $GaAs$ росте буферний шар $GaAs$. Так вирощували буферний шар із розчину-розплаву з мінімальним перенасиченням. В іншому методі нарощування буферного шару він насичений. Як описано, розчин-розплав галію не використовували у подальших експериментах, а витискали з поверхні підкладки за допомогою розчину-розплаву, перенасиченого миш'яком. Основна мета процедури нарощування буферних шарів – очищення поверхні підкладки від можливих структурних дефектів і неконтрольованих поверхневих домішок.

Температурно-часовий режим нарощування буферного шару $GaAs$ з розплаву Ga показано на рис. 2, а. За температури $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ систему витримували 1 год для гомогенізації, щоб розчинені компоненти рівномірно розподілилися об'ємом розплаву. Після гомогенізації відбувалось контрольоване рівномірне зниження температури зі швидкістю приблизно $2\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{хв}$. За температури $616\text{ }^{\circ}\text{C}$ на робочу поверхню підкладки подавали чистий галієвий розплав, який насичувався арсенідом галію з підкладки. За подальшого зниження температури відбувалось нарощування буферного шару з перенасиченого розплаву. Після закінчення росту буферного шару за температури $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ надлишковий галієвий розчин-розплав видавлювався технологічним розчином-розплавом $Ga-Al_{0,9}Ga_{0,1}As$.

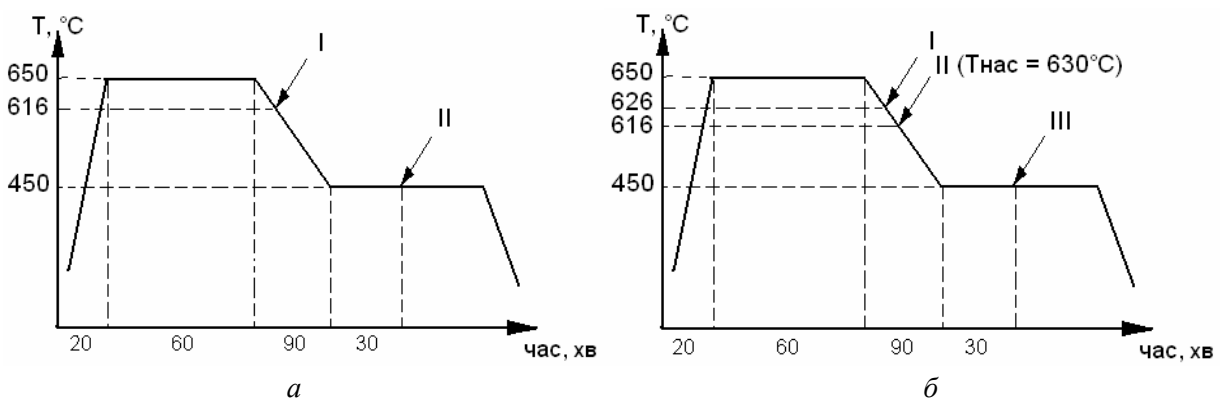


Рис. 2. Температурно-часовий режим нарощування буферного шару при перенасиченні $\Delta T = 0\text{ K}$: I – подача галієвого розплаву; II – подача технологічного розплаву $Al_{0,9}Ga_{0,1}As$ (а). Температурно-часовий режим нарощування буферного шару за перенасичення $\Delta T = 14\text{ K}$: I – подача галієвого розплаву; II – подача перенасиченого $GaAs$ галієвого розплаву; III – подача технологічного розплаву $Al_{0,9}Ga_{0,1}As$ (б)

Температурно-часовий режим нарощування буферного шару $GaAs$ з перенасиченого миш'яком розчину-розплаву $Ga-GaAs$ у разі, коли перенасичення становило близько 14 K , показано на рис. 2, б. Цей режим відрізнявся від попереднього тим, що після травлення підкладки в галієвому розплаві, який подавався на неї за температури $626\text{ }^{\circ}\text{C}$, він замінювався насиченим миш'яком до $630\text{ }^{\circ}\text{C}$ галієвим розчином-розплавом, з якого і відбувався ріст буферного шару. Заміна розчинів-розплавів відбувалася за температури $616\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Особливістю поршневої касети є те, що заміна розчинів-розплавів відбувається шляхом видавлювання одного розчину-розплаву іншим. Тому необхідно було насамперед перевірити, чи під час видавлювання галієвого розчину-розплаву, з якого нарощується буферний шар $GaAs$, індієвим розчином-розплавом $In-InAs$, призначеним для нарощування КТ, не відбувається ізотермічного змішування розплавів, внаслідок чого на поверхні могли б формуватися перехідні шари, що містять In . Перехідні шари, що містять індій, здатні погіршити умови для нарощування КТ, оскільки їх формування неминуче призводило б до зменшення різниці періодів ґратки матеріалів, що перебувають у фізичному контакті.

На рис. 3 зображено температурно-часовий режим технологічного процесу, який використовували для перевірки можливості формування перехідного шару. Спочатку нарощували буферний шар $GaAs$ із насиченого галієвого розчину-розплаву. Нарощування проводили в інтервалі температур $616 - 450$ °C. Після встановлення у реакторі температури 450 °C формували індієвий розплав, насичений $InAs$. Для цього касету перевертали на 180° , що забезпечувало контакт індієвого розплаву з допоміжною підкладкою $InAs$, яка розміщувалась у покришці контейнера з розплавами (див. рис. 1). Після насичення індієвий розчин-розплав подавався на буферний шар підкладки $GaAs$, витискаючи попередній.

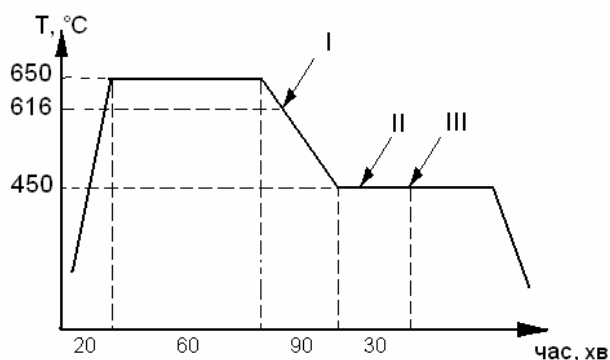


Рис. 3. Режим технологічного процесу для перевірки наявності перехідного шару:
 I – подача галієвого розплаву; II – подача насиченого $InAs$ індієвого розплаву;
 III – подача технологічного розплаву $Al_{0,9}Ga_{0,1}As$

Технологія нарощування КТ, яку ми розробляємо, передбачає контакт індієвого розчину-розплаву з підкладкою до початку імпульсного охолодження, причому цей контакт може тривати 1–2 хвилини. Тому необхідно було перевірити, чи не формуються протягом цього часу перехідні шари на поверхні буферного шару підкладки $GaAs$ унаслідок контакту з насиченим розчином-розплавом $In-InAs$. Для цього останній витримували в контакті з підкладкою $GaAs$ за температури 450 °C протягом 2 хвилин, після чого його витіснили технологічним розчином-розплавом $Ga-Al_{0,9}Ga_{0,1}As$.

Результати експерименту і їх обговорення

Морфологію поверхні підкладки і вирощених буферних шарів досліджували методом профілометрії за допомогою профілометра Dektak ПА. Типовий вигляд отриманих профілограм показано на рис. 4.

Відповідно до даних [7, 8] характеристичний лінійний розмір основи КТ $InAs$, який формується за імпульсного охолодження розчину-розплаву на підкладках $GaAs$, становить величину порядку 50 нм. У зв'язку з цим були проведені також дослідження профілю поверхні на межі чутливості профілометра, яка за довжиною сканованої ділянки становила 20 мкм. Результати цих досліджень показано на рис. 5.

Дані, наведені на рис. 4 і 5, наочно засвідчують, що якість поверхні буферних шарів як за висотою, так за протяжністю нерівностей, є вищою за якість вихідної поверхні. Найкращими є параметри розкиду висоти профілю поверхні буферного шару, вирощеного з перенасиченого розчину-розплаву, які приблизно в 2 рази менші, ніж у випадку буферного шару, вирощеного з розплаву Ga , і приблизно в 2,5 рази менші, ніж у випадку вихідної підкладки.

Наявність на поверхні буферного шару $GaAs$ перехідних шарів досліджували методом рентгеноструктурного мікроаналізу за допомогою аналізатора Akashi 250S. Аналіз проводили двояко – уздовж поверхні буферного шару і вздовж похилого шліфа підкладки з шаром. У жодному з цих експериментів індію на поверхні буферного шару не виявили. Це означає, що в процесі підготовки поверхні підкладки $GaAs$ до нарощування КТ $InAs$ за технологічних режимів, що розроблялися, перехідні шари з вмістом In не утворюються, що і потрібно для подальшого формування масивів КТ.

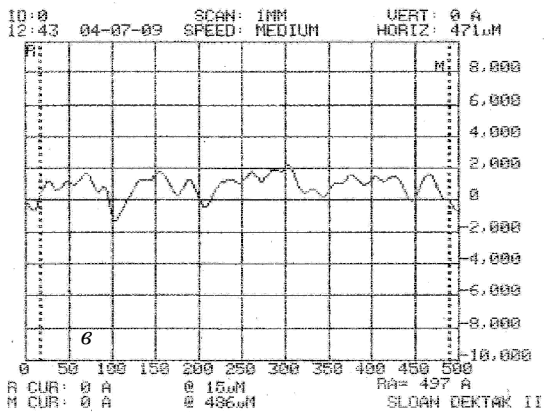
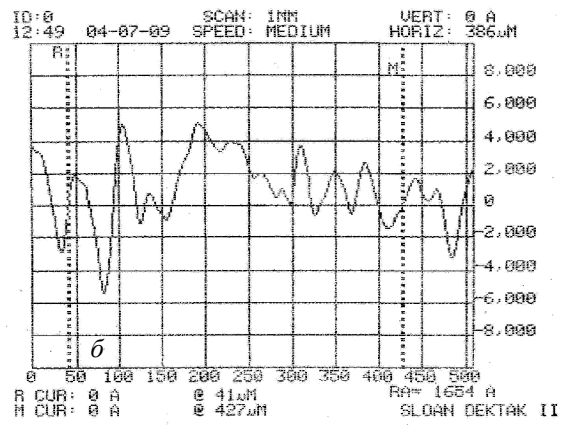
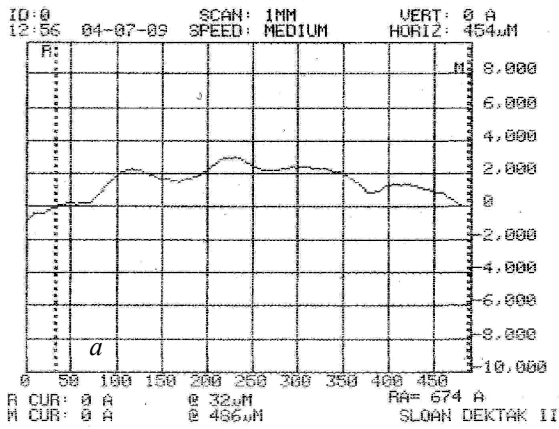


Рис. 4. Профілограми на проміжку 500 мкм: вихідної поверхні (а); поверхні буферного шару, вирощеного за перенасичення $\Delta T = 0$ К (б); поверхні буферного шару, вирощеного за перенасичення $\Delta T = 14$ К (в)

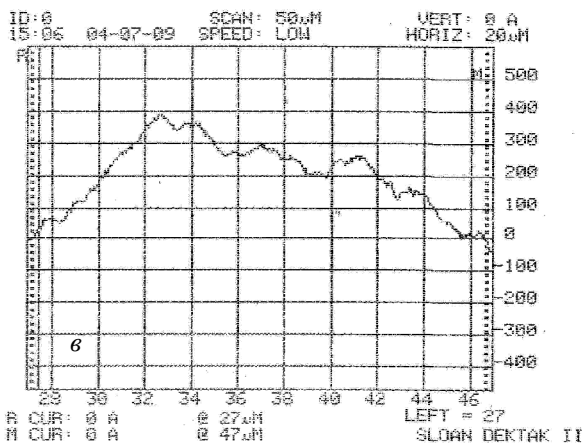
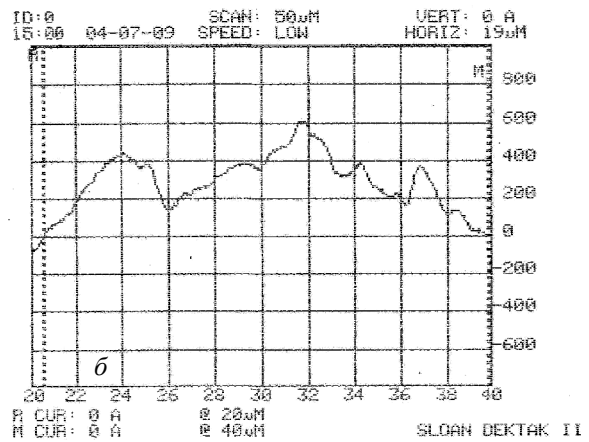
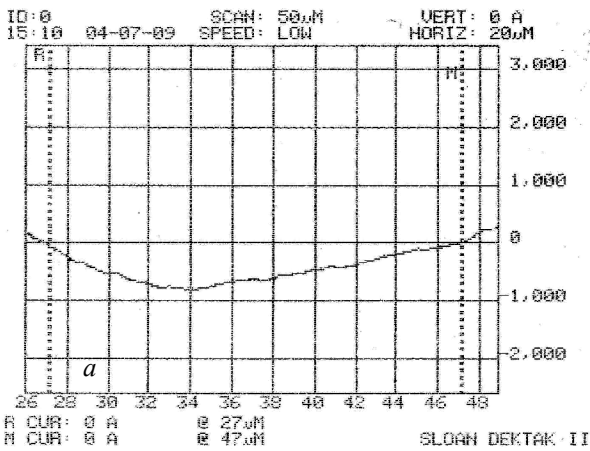


Рис. 5. Профілограми на проміжку 20 мкм: вихідної поверхні (а); поверхні буферного шару, вирощеного за перенасичення $\Delta T = 0$ К (б); поверхні буферного шару, вирощеного за перенасичення $\Delta T = 14$ К (в)

Висновки

Відпрацьовано оптимальні режими нарощування буферного епітаксійного шару *GaAs* з мінімальною шорсткістю поверхні. Методом профілювання поверхні показано, що формування буферного шару з перенасиченого на 14 °С розчину-розплаву покращує параметри шорсткості поверхні порівняно з такими самими для вихідної полірованої поверхні підкладки *GaAs*. Результатами рентгеноструктурного аналізу доведено, що в процесі встановлення фізичного контакту між буферним шаром *GaAs* і насиченим розчином-розплавом *In-InAs* за температури 450 °С протягом щонайменше двох хвилин перехідні шари, які містять *In*, не утворюються. Цього достатньо, щоб такі технологічні режими підготовчого процесу можна було використовувати для подальшого нарощування масивів КТ *InAs* на підкладках *GaAs* методом РФЕ в режимі імпульсного охолодження підкладки.

1. Карачинский Л.Я., Новиков И.И., Шерняков Ю.М. и др. // ФТП. – 2009. – **43**. – С. 708.
2. Моисеев К.Д., Пархоменко Я.А., Анкудинов А.В. и др. Письма в ЖТФ. – 2007. – **33**. – С. 50.
3. Дроздов М.Н., Востоков Н.В., Данильцев В.М. и др. // ФТП. – 2008. – **42**. – С. 303.
4. Fekete D., Dery H., Rudra A., Karon E. // J. Appl. Phys. – 21006. – **99**. – 034. – С. 304.
5. Заячук Д. Низькорозмірні структури і надгратки. – Львів: Вид-во Нац. ун-ту “Львівська політехніка”, 2006. – 220 с.
6. Крыжановская Н.В., Гладышев А.Г., Блохин С.А. и др. // ФТП. – 2004. – **38**. – С. 867.
7. Марончук И.Е., Марончук А.И., Шорохов А.В. Письма в ЖТФ. – 1997. – **23**. – С. 82.
8. Марончук И.Е., Марончук А.И., Кулюткина Т.Ф., Найденов М.В., Чорный И.В. Поверхность, рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2005. – **12**. – С. 95.
9. Леденцов Н.Н., Устинов В.М., Щукин В.А. и др. ФТП. – 1998. – **32**. – С. 385.
10. Алферов Ж.И., Андреев В.М., Воднев А.А. и др. Письма в ЖТФ. – 1986. – **12**. – С. 1089.